

Рассмотрим работу колонны окончательной очистки в режиме элюрации. Вследствие малого отбора головной фракции концентрационная часть колонны работает с высоким числом флегмы. Так, при отборе ее 0,5 % и удельном расходе пара 0,633 кг/кг число флегмы составляет около 350. В этих условиях в концентрационной части колонны должно происходить быстрое концентрирование как этилового спирта, так и головных примесей, в том числе и концевых, которые в данных локальных условиях являются головными.

Аналитическая зависимость между концентрацией примеси на тарелке питания α_n и в ГФ α_D при $R \rightarrow \infty$ и постоянном значении коэффициента испарения примеси K выражается уравнением

$$\alpha_D/\alpha_n = K^n, \quad (\text{IX-1})$$

где n — число теоретических тарелок в концентрационной части колонны.

Содержание спирта в ГФ при атмосферном давлении в колонне может достигать 97–97,2 % об. Ввиду малого отбора ГФ концентрация спирта на входе в колонну окончательной очистки и на выходе из нее практически остается одинаковой.

Колонна окончательной очистки работает по принципу элюрационной колонны, но в отличие от нее имеет высокую и практически постоянную по всей высоте колонны концентрацию спирта.

Эффективность работы отгонной части колонны может быть определена кратностью извлечения примесей по ее высоте α_n/α_0 , где α_0 — концентрация примеси в очищенном, выходящем из куба колонны спирте.

Пользуясь методом расчета кратности извлечения примесей для элюрационной колонны (рис. VII-5), мы выполнили расчеты кратности извлечения для колонны окончательной очистки в зависимости от удельного расхода пара и числа теоретических тарелок. Результаты приведены в табл. IX-1.

Из приведенных данных видно, что лучше всего извлекаются примеси, для которых коэффициент испарения $K > L/G$, причем с увеличением частного KG/L и числа тарелок в отгонной части колонны условия извлечения этих примесей улучшаются.

Если число тарелок n в отгонной части колонны окончательной очистки и значение коэффициента испарения примеси K остаются величинами постоянными, то на ход извлечения той или иной примеси можно влиять только изменением величины L/G или удельного расхода пара, так как величина L/G является однозначной функцией удельного расхода пара P .

Таблица IX-1

Кратность извлечения примесей в колонне окончательной очистки

Примесь	Коэффициент испарения		Удельный расход пара 0,253 кг/кг ($L/G = 2,8$)			Коэффициент испарения			Удельный расход пара 0,633 кг/кг ($L/G = 1,7$)		
	Коэффициент испарения	$K = L/G$	α_p/α_0	α_p/α_0		Коэффициент испарения	$K = L/G$	α_p/α_0	α_p/α_0		KG/L
				при $n = 5$	при $n = 10$				при $n = 5$	при $n = 10$	
Муравьино-этиловый эфир	5,1	1,82	35	711	5,1	3,0	290	71200			
Уксусный альдегид	3,3	1,18	6,9	20	3,3	1,94	39	1088			
Примесь (гипотетическая)											
Метанол	2,1	0,75	2,8	4,6	2,1	1,23	6,1	20,2			
Акролеин	2,0	0,715	2,0	2,2	2,0	1,18	5,2	15			

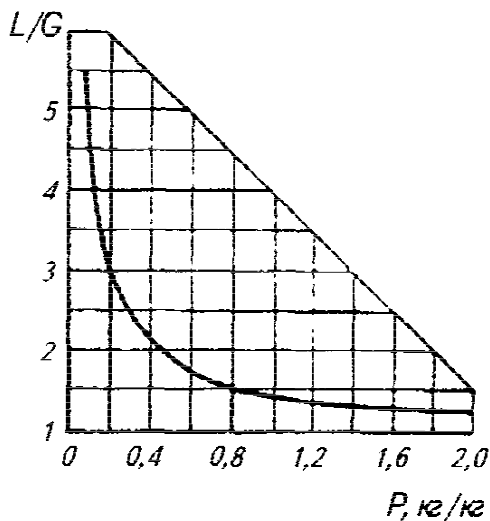


Рис. IX-2. График зависимости L/G от удельного расхода пара P , кг на кг спирта

Приведенный на рис. IX-2 график зависимости L/G от удельного расхода пара P составлен для определения оптимального удельного расхода пара для извлечения той или иной примеси. При определении следует иметь в виду, что величина L/G должна быть меньше или равна величине коэффициента испарения примеси K . Например, для освобождения спирта от такой примеси, как акролеин, расход пара должен быть равен 0,633 кг/кг ($L/G = 1,7$). С увеличением удельного расхода пара условия извлечения всех примесей улучшаются.

Основные головные примеси — уксусно-метиловый эфир, уксусный альдегид, уксусно-этиловый эфир, акролеин, метиловый спирт — могут быть извлечены в колонне окончательной очистки, имеющей 10 теоретических тарелок в отгонной части при удельном расходе пара 0,633 кг/кг. Кратность извлечения наиболее трудно удаляемых из них акролеина и метилового спирта при этих условиях равна соответственно 15 и 20,2 (см. табл. IX-1), что вполне достаточно для получения спирта высокого качества. Все прочие примеси извлекаются еще более полно. На содержание промежуточных и хвостовых примесей наличие колонны окончательной очистки не оказывает никакого влияния.

Проведем сопоставление эффекта пастеризации и возможной кратности извлечения примеси в колонне окончательной очистки. Эффект пастеризации при КПД тарелок 100 % и бесконечном числе флегмы численно равен величине коэффициента испарения примеси. Кратность выделения примеси в колонне окончательной очистки может быть значительно больше K (см. табл. IX-1) и зависит от удельного расхода пара и числа тарелок в отгонной части колонны. Таким образом, колонна окончательной очистки обладает значительно большими возможностями выделения примесей по сравнению с пастеризацией, однако установка колонны окончательной очистки связана с усложнением аппаратурной схемы, увеличением капитальных и эксплуатационных затрат.

Практикой установлено, что на некоторых заводах трудно получать ректификованный спирт высокого качества из-за низкого качества воды, питающей паровые котлы. Вместе с паром при открытом обогреве спиртовой колонны заносятся примеси, которые достигают зоны отбора

пастеризованного спирта и загрязняют его. Наличие работающей в режиме элюации колонны окончательной очистки позволяет в этом случае освободить спирт от примесей, занесенных в спиртовую колонну с греющим паром.

Закрытый обогрев колонны дает возможность использовать загрязненный пар (например, экстрапар варочных отделений или выпарных установок), а также пар низкого потенциала ($t = 100...110$ °С), теплоту лютерной воды и барды, спиртоводного бражного пара, т. к. температура в кубовой части колонны поддерживается в пределах 79...80 °С.

Следует, однако, отметить, что окончательная очистка спирта связана не только с увеличением стоимости установки, но и эксплуатационными расходами на пар, воду и обслуживание. При доброкачественном зерно-картофельном сырье в установке колонны окончательной очистки нет особой необходимости. При переработке мелассы, дефектного зерно-картофельного сырья или при питании котлов загрязненной водой ее необходимо устанавливать в качестве контрольной колонны, а также при выделении метанола из этилового спирта.

Установка колонны окончательной очистки исключает необходимость вводить гидроксид натрия в спиртовую колонну при выработке спирта из мелассы, что положительно сказывается на органолептических показателях ректификованного спирта.

Рассмотрим работу колонны окончательной очистки в **режиме повторной ректификации**. Подключение колонны окончательной очистки, работающей в режиме элюации, целесообразно в том случае, когда в ректификованном спирте содержится значительное количество головных или концевых примесей, коэффициенты испарения которых в концентрированном спирте невелики ($K = 1,5...3$), и выделение их (например метанола) за счет пастеризации в спиртовой колонне малоэффективно. К тому же следует учесть, что при работе колонны в режиме элюации снижается, хотя и незначительно, примерно на 0,05–0,1 %, концентрация ректификованного спирта. Поэтому подключение колонны окончательной очистки, работающей в режиме элюации, допускается только в том случае, если спиртовая колонна не является «узким» местом.

При работе колонны окончательной очистки в **режиме повторной ректификации** в ней идет укрепление спирта (на 0,2–0,3 %), поэтому питание ее может осуществляться ректификованным спиртом концентрации примерно на 0,2 % ниже стандартной. Это важно, если спиртовая колонна является «узким» местом в ректификационной установке. По-

мимо дополнительной очистки спирта колонна способствует повышению производительности спиртовой колонны. Однако, чтобы сконцентрировать спирт хотя бы на 0,2–0,3 %, необходимо ввести в колонну окончательной очистки около 7 кг пара на 1 дал спирта, что существенно повышает его себестоимость.

В колонне, работающей в режиме повторной ректификации, обычно устанавливают 30 тарелок. Эффект очистки спирта от головных примесей определяется эффектом пастеризации в верхней зоне колонны (см. главу XIII), а очистка от промежуточных примесей — эффективностью работы зоны от места ввода питания до места отбора пастеризованного спирта.

При расчете колонн окончательной очистки, работающих в режиме элюации, как и при расчете элюационной колонны, определяющей величиной является кратность извлечения ключевой примеси α_n/α_o .

Выполненные нами расчеты показывают, что для снижения концентрации метанола в спирте с 0,71 до 0,01 % мас. при расходе пара 5 кг/дал необходимо установить 64 тарелки (при КПД 0,5).

Сечение колонны подбирают исходя из допустимой скорости пара, производительности колонны и удельного расхода пара по уравнению (V-20).

В меласном спирте содержание головных и концевых примесей, для выделения которых предназначена колонна окончательной очистки, невелико, и для их выделения достаточен расход пара 2–3 кг на 1 дал ректификованного спирта при 30 тарелках в колонне (15–20 отгонных и 10–15 концентрационных). Для зерно-картофельных заводов, перерабатывающих метанолсодержащие бражки, удельный расход пара составляет 5–6 кг/дал при $N = 40$ (25–30 отгонных и 15–10 концентрационных); для них целесообразно устанавливать колонны с 40–45 тарелками и более.

Ориентировочно производительность колонн окончательной очистки по спирту M можно принимать в зависимости от их диаметра D , м:

а) для меласных заводов $M = 6940 D^2$ дал/сут;

б) для зерно-картофельных заводов $M = 3470 D^2$ дал/сут.

В заключение следует отметить, что большое разнообразие примесей, которые могут быть ключевыми, требует при расчете колонн окончательной очистки исходить из конкретных условий.

Сивушные колонны

В сивушной колонне проводится дальнейшее концентрирование сивушного масла и других промежуточных примесей, начатое в спиртовой колонне.

Типовые сивушные колонны, как правило, являются полными ректификационными колоннами (рис. IX-3). В их отгонной части устанавливают 15–17, в концентрационной — 40 многоколпачковых тарелок, при межтарелочном расстоянии 170 мм. Между отгонной и концентрационной частью устанавливают аккумулятор (рис. IX-4). В нем находится значительный объем спиртоводной жидкости, который обеспечивает равномерную работу колонны.

Аккумулятор можно представить как тарелку, на которой большое количество жидкости удерживается с помощью высокой горловины колпака (или колпаков при установке нескольких) и соответствующей высоты сливного стакана над тарелкой. Высота слоя жидкости в аккумуляторе может быть от 200 до 700 мм.

Питание в типовую сивушную колонну вводится на тарелку, расположенную непосредственно под аккумулятором, а концентрированные промежуточные продукты отбираются непосредственно из аккумулятора и с тарелок, расположенных над ним (в типовых колоннах с 18-, 19- и 20-й).

На наш взгляд, более рационален ввод сивушной фракции на 2–3 тарелки выше аккумулятора, что исключает движение этилового спирта через аккумулятор, где накапливается сивушное масло; с тарелки питания он поднимается вверх по колонне в зону его концентрирования, а сивушное масло движется вниз (в аккумулятор), где и концентрируется.

В зоне аккумулятора в сивушной колонне накапливается большое количество спиртов сивушного масла, в результате чего флегма, поступающая в аккумулятор, гетерогенна. В аккумуляторе она расслаивается, образуя верхний слой с высоким содержанием спиртов сивушного масла (концентрат сивушной фракции), и нижний — подсивушный, состоящий из раствора этилового спирта и спиртов C_3 , C_4 , C_5 в воде.

Часть аккумулятора, в которой размещаются сливные стаканы выше лежащей тарелки, отделена перегородкой от основного объема, образуя карман. Перегородка внизу не доходит до дна, а вверху оканчивается выше уровня жидкости, что обеспечивает сообщение кармана с остальной частью аккумулятора и в то же время спокойную поверхность жидкости в кармане. На уровне жидкости к карману с помощью штуцера прикреплен фонарь, через который из аккумулятора отводится концентрат сивушной фракции — маслянистая однородная жидкость. Фракция, отбираемая с 18-...20-й тарелок, также обогащена сивушным маслом, особенно пропиловым и изобутиловым спиртами. С ней отводятся в основном промежуточные эфиры и азотистые соединения. Эта фракция в зависимости от состава может быть как однородной, так и гетерогенной.

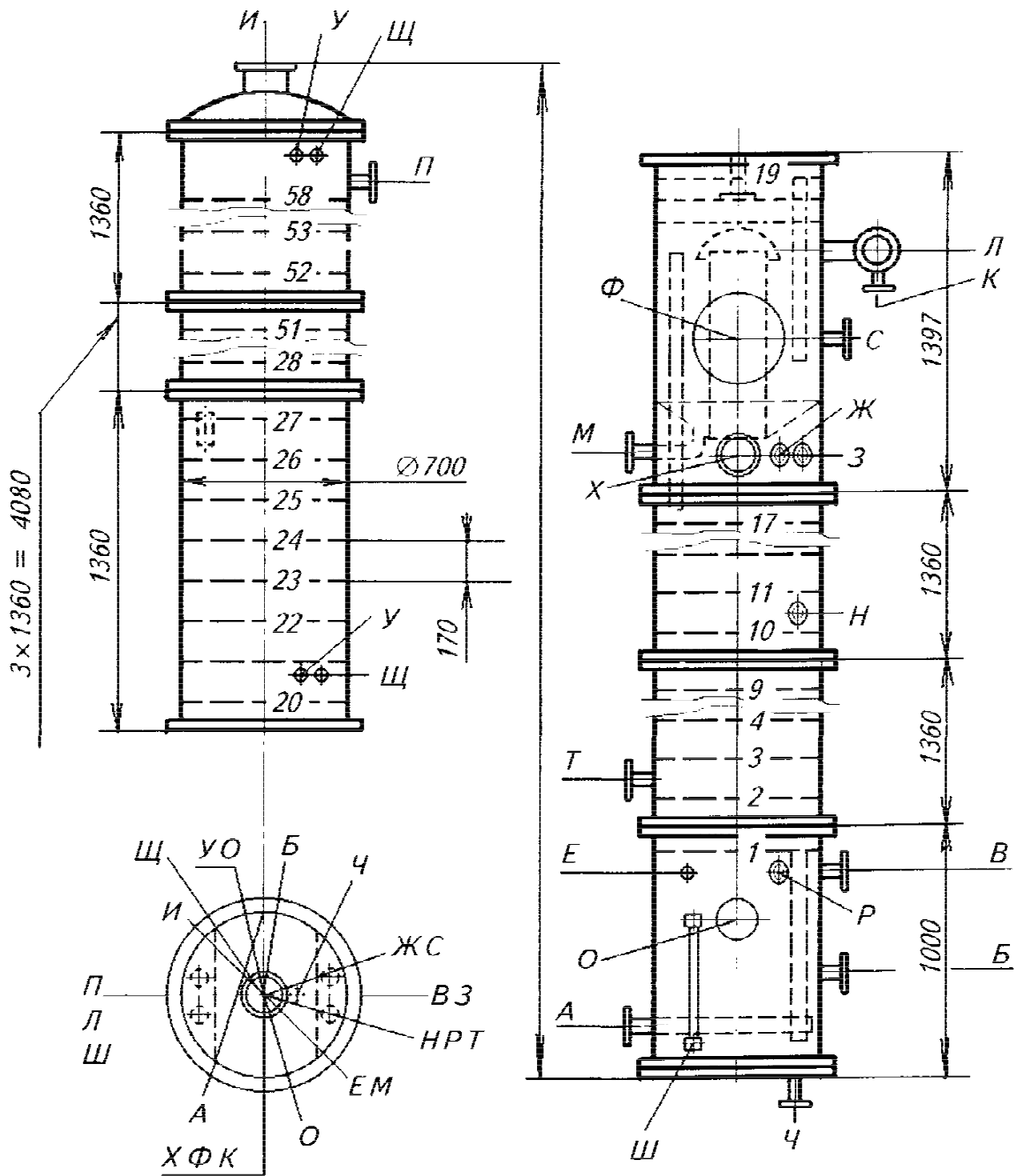


Рис. IX-3. Типовая сивушная колонна. Патрубки: А — вход пара; Б — выход лютерной воды; В — к вакуум-прерывателю; Е — к пробному холодильнику; Ж и З — ввод сивушных фракций от спиртовой колонны; И — вывод спиртового пара; К — вывод сивушного масла; Л — к фонарю; М — дренаж; Н — вход промывных вод; О — люк; П — ввод фигмы; Р — к парорегулятору; С — ввод воды; Т — от сепаратора; У — гильза для термометра; Ф — лаз; Х — люк; Ч — дренаж; Щ — указатель уровня; Щ — гильза для термометра

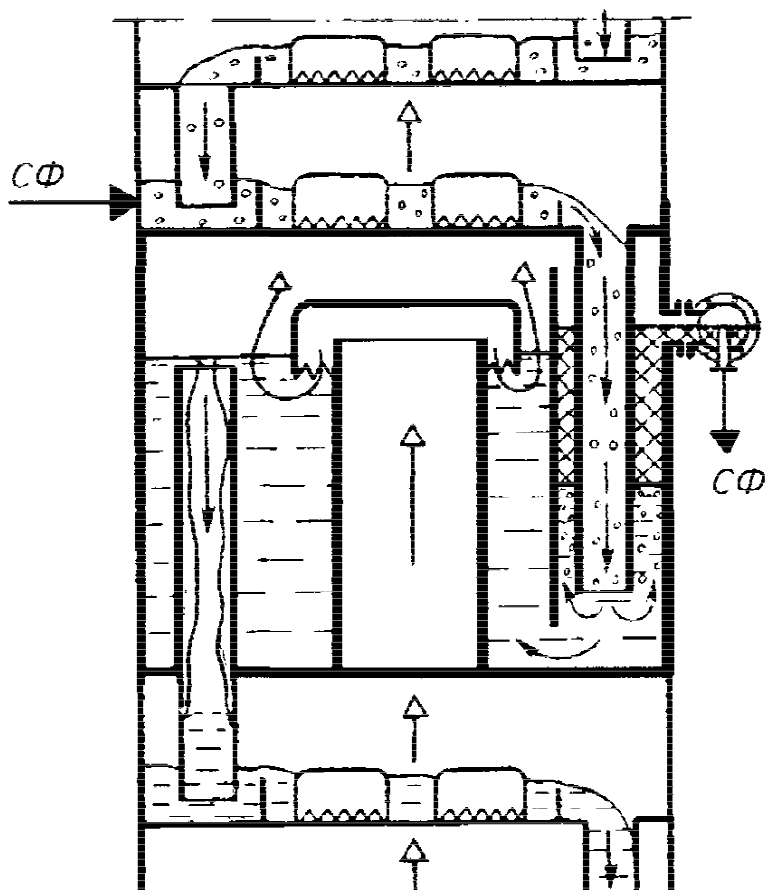


Рис. IX-4. Аккумулятор сивушной кислоты

В типовую сивушную колонну сивушная фракция из спиртовой колонны может вводиться в виде жидкой или паровой фазы. В большинстве случаев питание поступает в жидкой фазе; даже если фракция из спиртовой колонны отбирается в виде пара, она конденсируется, пройдя через холодильник. Однако практика Октябрьского завода Харьковского спиртообъединения показывает, что питание сивушной колонны паровой фазой вполне возможно и даже целесообразно, т. к. уменьшается расход пара на обогрев сивушной колонны.

Сивушная колонна питается в основном сивушной фракцией, отбираемой из спиртовой колонны в зоне концентрирования нижних промежуточных примесей. В ряде случаев в сивушную колонну из элюационной вводится фракция, обогащенная верхними промежуточными примесями.

Если БРУ не имеет сивушной колонны, функцию концентрирования промежуточных примесей выполняет спиртовая колонна, в которой создаются зоны с высокой концентрацией как сивушного масла, так и других промежуточных примесей. В результате может увеличиваться содержание этих примесей в ректифицированном спирте, что ухудшает его качество.

При наличии сивушной колонны количество отбираемого из спиртовой колонны погона увеличивается. Общее количество летучих компонентов, отбираемых из колонн ректификационной установки в сивушную колонну, составляет 3–10 % от поступающего в установку спирта.

Если принять, что из спиртовой в сивушную колонну вводится 5 % обогащенного сивушным маслом продукта от количества вводимого в установку спирта, то максимальная концентрация сивушного масла в нем составит приблизительно 7 %; при отборе 1 % (в отсутствие сивушной колонны) концентрация сивушного масла составит около 35 %.

Снижение концентрации сивушного масла в зоне его отбора приводит, во-первых, к соответствующему снижению концентрации его в зоне отбора ректифицированного спирта, во-вторых — к повышению коэффициента испарения этилового спирта. Таким образом, включение сивушной колонны в схему установки облегчает условия работы спиртовой колонны и улучшает качество ректифицированного спирта.

Важным моментом в работе ректификационной установки, снабженной типовой сивушной колонной, является способ вывода из нее концентрированного этилового спирта и возврата его в цикл ректификации. Опыт Косарского спиртзавода показывает, что этиловый спирт из сивушной колонны следует выводить не из дефлегматора, а с 3-...5-й тарелок (считая сверху) в жидкой фазе (по типу пастеризованного спирта) и подавать его в бражный дистиллят на питание эспюрационной колонны. Непастеризованный спирт отбирают из конденсатора сивушной колонны в небольшом, около 5 %, количестве и подают его на одну из верхних тарелок эспюрационной колонны (3-...5-ю). При таком приеме за счет работы типовой сивушной колонны улучшаются выделение головных примесей в установке и качество спирта по пробе на окисляемость.

В настоящее время нет обоснованной методики расчета сивушных колонн, поэтому основные параметры типовых сивушных колонн принимаются из практического опыта. При этом следует помнить, что увеличение числа тарелок в сивушной колонне способствует получению более чистого дистиллята (отбираемого в верхней части колонны) из более концентрированной сивушной фракции при минимальных потерях спирта с лютерной водой. Удельный расход пара, по-видимому, должен быть принят в размере около 3 кг на 1 дал спирта, вырабатываемого установкой. Исходя из этих соображений, ориентировочно диаметр

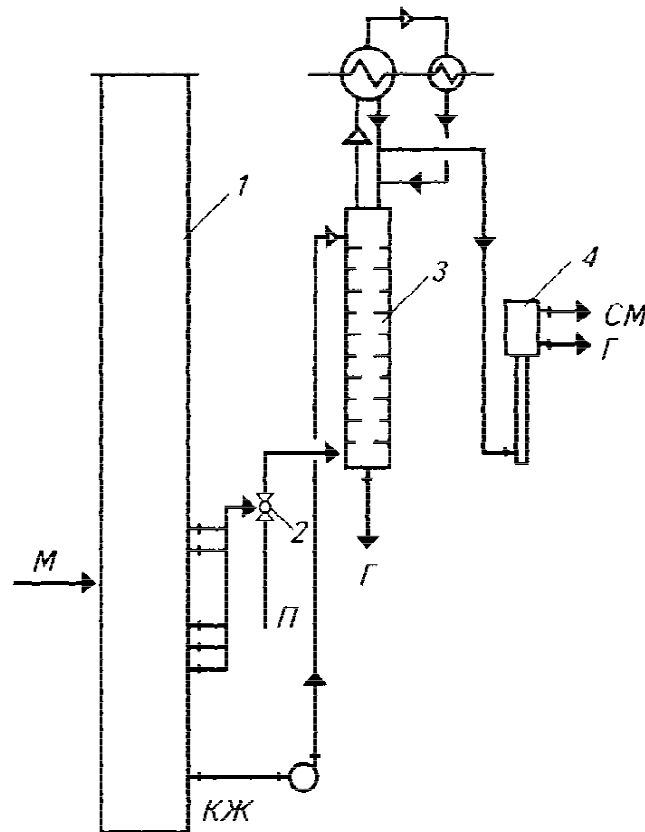


Рис. IX-5. Схема подключения сивушной колонны УкрНИИспиртбиопрода: 1 — спиртовая колонна; 2 — эжектор; 3 — сивушная колонна; 4 — экстрактор сивушного масла

сивушной колонны (D , м) можно принимать в зависимости от производительности БРУ по спирту:

$$M = 6940D^2 \text{ дал/сут при числе тарелок } N = 56 \left(\frac{40}{16} \right),$$

где M — суточная производительность брагоректификационной установки.

Типовые сивушные колонны изготавливаются из листовой меди толщиной 2,0–3,5 мм. Схема их обвязки представлена на рис. III-12, в.

УкрНИИспиртбиопродом предложена установка с сивушной колонной, работающей в режиме экстрактивной ректификации (рис. IX-5). Установка состоит из сивушной колонны с 12–16 тарелками, эжектора, дефлегматора, спиртоловушки, декантатора и экстрактора сивушного масла. Характеристика установки приведена в табл. IX-2.

Установка действует в следующем порядке. Сивушная фракция из спиртовой колонны отводится с помощью эжектора и вместе с грею-